(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum Internationales Büro



# 

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum 9. September 2005 (09.09.2005)

## **PCT**

## (10) Internationale Veröffentlichungsnummer WO 2005/082911 A1

(51) Internationale Patentklassifikation7: C07F 1/02

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2005/001954

(22) Internationales Anmeldedatum:

24. Februar 2005 (24.02.2005)

(25) Einreichungssprache:

Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache:

Deutsch

(30) Angaben zur Priorität: 10 2004 009 445.4

27. Februar 2004 (27.02.2004)

- (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): CHEMETALL GMBH [DE/DE]; Trakehner Strasse 3, Postfach 90 01 70, 60487 Frankfurt am Main (DE).
- (72) Erfinder; und

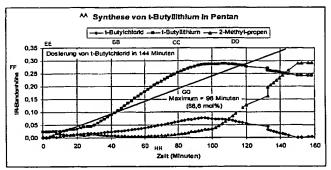
(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): WEISS, Wilfried [DE/DE]; Mühlenstrasse 10A, 37632 Eschershausen (DE).

DAWIDOWSKI, Dirk [DE/DE]; Habelstrasse 5, 60439 Frankfurt (DE). PLEYER, Walter [DE/DE]; Zehntkamp 15B, 38685 Langelsheim (DE). KRÜCKEL, Frank [DE/DE]; Zur Schafweide 1, 38704 Liebenburg (DE).

- (74) Anwälte: UPPENA, Franz usw.; Chemetall GmbH, Patente, Marken & Lizenzen, Trakehner Strasse 3, 60487 Frankfurt am Main (DE).
- (81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM. ZW.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

- (54) Title: METHOD FOR PRODUCING ALKYL LITHIUM COMPOUNDS AND ARYL LITHIUM COMPOUNDS BY MON-ITORING THE REACTION BY MEANS OF IR-SPECTROSCOPY
- (54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON ALKYLLITHIUMVERBINDUNGEN UND ARYLLITHIUM-VERBINDUNGEN DURCH REAKTIONSVERFOLGUNG MITTELS IR-SPEKTROSKOPIE



- ..SYNTHESIS OF T-BUTYL LITHIUM IN PENTANE ..T-BUTYL CHLORIDE ..T-BUTYL LITHIUM
- DD...2-METHYLPROPENE
- EE...DOSING OF T-BUTYL CHLORIDE IN 144 MINUTES
  FF...INFRARED BAND HEIGHT
- MAXIMUM = 96 MINUTES (68.6 MOL %)
- HH...TIME (MINUTES)
- (57) Abstract: The invention relates to a method for producing alkyl lithium compounds and aryl lithium compounds by reacting lithium metal with alkyl or aryl halogenides in a solvent, the concentration of the alkyl/aryl halogenide and the alkyl/aryl lithium compound being detected according to an in-line measurement in the reactor by means of IR spectroscopy, and an exact recognition of the end point of the dosing of the halogenide constituents being carried out by evaluation of the IR measurement. Said method enables an optimum reactive process and reaction yield. The identification of the respective concentration of the educt and the product is a reliable reactive process. The yield of the reaction is also optimised by determining the end point of the halogenide dosing, as is the purity of the product due to a lower concentration thereof during the reaction.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

### 

- (84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsan): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- vor Ablauf der f\(\text{ir}\) \text{ Anderungen der Anspr\(\text{uch}\) geltenden
   \text{Frist; Ver\(\text{off}\) entlichung wird wiederholt, falls \(\text{Anderungen}\)
   eintreffen

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

#### Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht

<sup>(57)</sup> Zusammenfassung: Beschrieben wird ein Verfahren zur Herstellung von Alkyl- und Aryllithiumverbindungen durch Reaktion von Lithium-Metall mit Alkyl- oder Arylhalogeniden in einem Lösungsmittel, wobei die Konzentration des Alkyl/Arylhalogenids und der Alkyl/Aryllithiumverbindung durch In-line-Messung im Reaktor mittels IR-Spektroskopie erfasst wird und durch Auswertung der IR-Messung eine exakte Endpunkterkennung der Dosierung der Halogenidkomponente durchgeführt wird. So werden eine optimale Reaktionsführung und Reaktionsausbeute ermöglicht. Durch diese Kenntnis der jeweiligen Konzentration von Edukt und Produkt ist eine sichere Reaktionsführung gegeben. Die Ausbeute der Reaktion lässt sich durch die Endpunktbestimmung der Halogeniddosierung ebenso optimieren wie die Reinheit des Produktes durch eine niedere Konzentration desselben während der Reaktion.